

**СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ****Методы определения железа**

Titanium alloys  
Methods for the determination of iron

**ГОСТ****19863.5—91**

ОКСТУ 1709

**Дата введения** 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,01 до 2,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,01 до 5,0%) методы определения железа.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, восстановлении трехвалентного железа до двухвалентного гидрохлоридом гидроксиламина, образовании оранжевого комплекса двухвалентного железа с 1,10-фенантролином при pH 5 и измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4202 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 . 3.

---

**Издание официальное**

**Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта ССР**

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 : 1.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>. 1,10-фенантролин.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота винная по ГОСТ 5817.

Смесь реагентов: в коническую колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 1,25 г 1,10-фенантролина, приливают 500 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения К раствору добавляют 40 г винной кислоты, 500 г уксуснокислого натрия, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают. Раствор пригоден для применения в течение 3 недель.

Железо реактивное (восстановленное).

Стандартные растворы железа

Раствор А: 0,1 г железа помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, ополаскивают часовое стекло водой в стакан, в котором проводили растворение, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г железа.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г железа.

### 2.3. Подготовка к анализу

Перед проведением анализа стружку пробы отмагничивают.

### 2.4. Проведение анализа

2.4.1. Навеску пробы массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом или воронкой и нагревают до растворения пробы, поддерживая первоначальный объем водой.

В раствор приливают по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до исчезновения фиолетовой окраски и в избыток пять капель, кипятят 1—2 мин, охлаждают до комнатной температуры, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

2.4.2. Аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают воду до 60 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup> раствора гидрохлорида гидроксиламина, 20 см<sup>3</sup> смеси реагентов, через 10 мин доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Объем аликовотной части раствора, см <sup>3</sup>
От 0,01 до 0,1 включ.	25
Св. 0,1   » 0,5   »	5
» 0,5   » 1,0   »	2
» 1,0   » 2,0   »	1

2.4.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 30 мин при длине волны 510 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, который готовят по пп. 2.4.1 и 2.4.2 со всеми используемыми в анализе реактивами.

При анализе сплавов, содержащих хром, никель и ванадий, раствором сравнения служит компенсирующий раствор: аликовотную часть раствора пробы согласно табл. 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

В этом случае оптическую плотность раствора контрольного опыта измеряют по отношению к воде и вычитают из оптической плотности растворов пробы.

Массовую долю железа рассчитывают по градуировочному графику.

#### 2.4.4. Построение градуировочного графика

В десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003; 0,000035; 0,000035, 0,00004; 0,000045; 0,00005 г железа, во все колбы приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора контрольного опыта и далее продолжают по пп. 2.4.2 и 2.4.3. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам железа строят градуировочный график.

#### 2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю железа ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $m$  — масса железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса пробы в аликовотной части раствора, г.

2.5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,030 включ.	0,004	0,006
Св. 0,030 » 0,100 »	0,006	0,010
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,03
» 0,30 » 0,50 »	0,03	0,04
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,06
» 1,00 » 2,00 »	0,08	0,10

### 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции железа при длине волны 248,3 нм в пламени ацетилен — воздух.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для железа.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 2 : 1 и 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Растворы титана

Раствор А, 20 г/дм<sup>3</sup>: 4 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 160 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 8 см<sup>3</sup> борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см<sup>3</sup> борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

После растворения навески добавляют двадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610.

Стандартные растворы железа

Раствор А: 1 г чистого карбонильного железа растворяют в 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 : 1, добавляют несколько капель азотной кислоты, кипятят раствор в течение 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г железа.

3.3. Подготовка к анализу — по п. 2.3.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 3 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см<sup>3</sup> борофортистоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Масса навески пробы, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>	Объем добавляемого раствора соляной кислоты 1 : 1, см <sup>3</sup>
От 0,01 до 0,10 включ.	0,5	100	2
Св. 0,10 » 1,0 »	0,25	250	5
» 1,0 » 5,0 »	0,25	250	—

После растворения пробы добавляют 5—10 капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 3, добавляют раствор соляной кислоты 1 : 1 (см. табл. 3), доливают водой до метки и перемешивают.

3.4.2. При массовой доле железа выше 1,0 до 5,0% отбирают аликвотную часть раствора 20 см<sup>3</sup>, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.4.3. Раствор контрольного опыта готовят по пп. 3.4.1 и 3.4.2.

3.4.4. Построение градуировочного графика

3.4.4.1. При массовой доле железа от 0,01 до 0,1%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,5; 3,0; 4,5; 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора железа Б, что соответствует 0,00005; 0,00015; 0,0003; 0,00045; 0,0006 г железа.

#### 3.4.4.2. При массовой доле железа выше 0,1 до 1,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора титана Б, в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора железа Б, что соответствует 0,0001; 0,00025; 0,0005; 0,00075; 0,001 г железа.

#### 3.4.4.3. При массовой доле железа выше 1,0 до 5,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают по 2 см<sup>3</sup> раствора титана Б, в пять из них отмеряют 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора железа Б, что соответствует 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,001 г железа.

3.4.4.4. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.4.4.1, 3.4.4.2, 3.4.4.3, добавляют по 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.4.5. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — воздух (окислительное) и измеряют атомную абсорбцию железа при длине волны 248,3 нм.

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям железа строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация железа, г/см<sup>3</sup>».

Массовую концентрацию железа в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

### 3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю железа ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $C_1$  — массовая концентрация железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация железа в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески в растворе пробы или в соответствующей аликовтной части раствора пробы, г.

3.5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ.	0,003	0,005
Св. 0,025 » 0,050 »	0,005	0,007
» 0,050 » 0,100 »	0,010	0,015
» 0,100 » 0,250 »	0,015	0,020
» 0,250 » 0,500 »	0,025	0,030
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,07
» 1,00 » 2,50 »	0,10	0,15
» 2,50 » 5,00 »	0,15	0,20

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством авиационной промышленности СССР

### РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; В. А. Мошкин, канд. техн. наук;  
 Г. И. Фридман, канд. техн. наук; Л. А. Тенякова; М. Н. Горлова, канд. хим. наук; Л. В. Антоненко; О. Л. Скорская, канд. хим. наук

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 05.05.91 № 625

**3. ВЗАМЕН ГОСТ 19863.5—80**

**4. Периодичность проверки — 5 лет**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 199—78	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 5817—77	2.2
ГОСТ 9658—75	3.2
ГОСТ 13610—79	3.2
ГОСТ 17746—79	3.2
ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 25086—87	1.1